

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 58-117228

(43)Date of publication of application : 12.07.1983

(51)Int.Cl.

C08J 7/04
B32B 27/18
// B32B 17/00

(21)Application number : 56-210924

(71)Applicant : MITSUBISHI MONSANTO CHEM CO
MITSUBISHI METAL CORP

(22)Date of filing : 29.12.1981

(72)Inventor : OKUMURA MASAOKI
YOSHIZUMI MOTOHIKO
MIYOSHI MOTOYUKI
TANAKA KATSUHIKA

(54) PRODUCTION OF TRANSPARENT FILM OR THIN SHEET HAVING CONTROLLED INFRARED RAY TRANSMISSION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a transparent film or thin sheet having a controlled infrared ray transmission without detriment to transparency, by forming a film containing a solid solution of tin oxide and antimony oxide on a transparent film or thin sheet.

CONSTITUTION: On one or both surfaces of a transparent film or thin sheet is formed a film containing 30W80wt% solid solution, particle diameter $\leq 0.4\mu$, containing tin oxide and antimony oxide. The transparent synthetic resin film or thin sheet refers to glass as well as a transparent synthetic resin film or sheet. The solid solution is preferred to have a tin oxide/antimony oxide weight ratio ranging from 95:5 to 50:50. By the words "without detriment to transparency" is meant that the transmittance of straightforward beams at a wavelength of 555m is above 80%, and by the words "excellent in infrared ray interception" is meant that the transmittance of infrared is below 70%.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

BEST AVAILABLE COPY

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭58—117228

⑤ Int. Cl.³
C 08 J 7/04
B 32 B 27/18
// B 32 B 17/00

識別記号

庁内整理番号
7415—4F
6921—4F
6122—4F

⑬ 公開 昭和58年(1983) 7月12日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑭ 赤外線透過を抑制した透明なフィルム又は薄板の製造方法

① 特 願 昭56—210924

② 出 願 昭56(1981)12月29日

⑦ 発 明 者 奥村正明
豊明市栄町南館182—52

⑦ 発 明 者 吉住素彦
浦和市大東3丁目16番9号

⑦ 発 明 者 三好元之
東京都世田谷区深沢町8丁目18

番3号

⑦ 発 明 者 田中勝久

柏江市猪方922番地

⑦ 出 願 人 三菱モンサント化成株式会社
東京都千代田区丸の内2丁目5
番2号

⑦ 出 願 人 三菱金属株式会社
東京都千代田区大手町1丁目5
番2号

⑦ 代 理 人 弁理士 長谷川一 外1名

明 細 書

1 発明の名称

赤外線透過を抑制した透明なフィルム又は薄板の製造方法

2 特許請求の範囲

(1) 赤外線透過を抑制した透明なフィルム又は薄板を製造するにあたり、透明なフィルム又は薄板の少なくとも片面に、粒子径が0.4ミクロン以下の酸化スズと酸化アンチモンの固溶体を30～80重量%含有する被膜を形成することを特徴とする、赤外線透過を抑制した透明なフィルム又は薄板の製造方法。

(2) 固溶体は、酸化スズと酸化アンチモンとが、重量比で95対5ないし50対50の範囲のものであることを特徴とする、特許請求の範囲第(1)項記載の赤外線透過を抑制した透明なフィルム又は薄板の製造方法。

(3) 被膜の厚さが1～10ミクロンであることを特徴とする、特許請求の範囲第(1)項ないし

第(2)項記載の赤外線透過を抑制した透明なフィルム又は薄板の製造方法。

(4) 波長5.5ミリクロンにおける直進光線の透過率を80%以上、赤外線透過率を70%以下に抑制することを特徴とする、特許請求の範囲第(1)項ないし第(3)項記載の赤外線透過を抑制した透明なフィルム又は薄板の製造方法。

3 発明の詳細な説明

本発明は、赤外線透過を抑制した透明なフィルム又は薄板の製造方法に関するものであり、更に詳しくは透明なフィルム又は薄板の透明性を犠牲にすることなしに、赤外線透過を抑制する方法の改良に関するものである。

従来、ビルや病院等の大規模な建築物や、又は自動車、電車等の交通機関の開口部、窓に使用されるガラス製品として、太陽光線の持つ熱線エネルギーを、ガラス表面において反射し内部への熱の流入を遮断する性質を有する、いわゆる熱線反射ガラスが提案されている(例えば、

特開昭58-117228(2)

特公昭44-4210号公報、特公昭44-8011号公報等を参照)。

これら提案されている技術によるときは、板ガラスの表面を特殊な組成の表面処理液で処理する手法を採用するものであり、表面処理した板ガラスと一般板ガラスとを保管、輸送、実際の使用等の工程で区別するのは、繁雑であるという問題がある。

他方、透明合成樹脂製フィルム又はシートを、温室やその他類似物の被覆用に使用する場合に、熱線エネルギーを適度に遮蔽する性質を具備させる方法が提案されている。透明合成樹脂製フィルム又はシートに熱線エネルギー遮蔽性を附与するには、フィルム又はシート表面に金属蒸着膜を形成するとか、スパッタリング法によつて金属薄膜を形成する等の方法によつて、可能である。しかし、このような方法を実施するには、高価な装置を必要とし、かつ、工程が複雑であるという問題があるほか、透明合成樹脂製フィルム又はシートの持つ透明性をも、犠牲に

チレン、ポリプロピレン、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリアセタール、ポリアミド類、アクリル系樹脂等の熱可塑性合成樹脂のほか、メラミン-ホルマリン樹脂、ジアリルフタレート樹脂等の熱硬化性合成樹脂があげられる。透明な合成樹脂は、上に例示したものに限定されるものではない。

フィルム又は薄板は、通常の製造法によつて製造されたものでよい。合成樹脂にあつては、押出成形法、インフレーション成形法、カレンダー成形法、圧縮成形法等によつて製造することができ、ガラスにあつては、連続式複ロール式製造法、フルコール式製造法、コルバーン式製造法等によつて板ガラスとすることができ、る。

フィルム又は薄板の厚さは、特に制限はないが、0.01〜10mmの範囲内であるのが好ましい。

本発明においては、上記透明なフィルム又は薄板の少なくとも片面に、粒子径が0.4ミクロン

してしまふという問題があつた。

本発明者らは、かかる状況にあつて、透明なフィルム又は薄板の透明性を犠牲にすることなしに、太陽光線の持つ熱線エネルギー(赤外線)を遮断する方法について鋭意検討した結果、本発明を完成するに至つたものである。

しかして本発明の要旨とするところは、赤外線の透過を抑制した透明なフィルム又は薄板を製造するにあたり、透明なフィルム又は薄板の少なくとも片面に、粒子径が0.4ミクロン以下の酸化スズと酸化アンチモンの固溶体を30〜80重量%含有する被膜を形成することを特徴とする、赤外線の透過を抑制した透明なフィルム又は薄板の製造方法に存する。

以下、本発明を詳細に説明するに、本発明において「透明なフィルム又は薄板」とは、透明な合成樹脂製フィルム又はシートのほか、ガラスをいう。透明な合成樹脂としては、ポリ塩化ビニル、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ポリ塩化ビニリデン、ポリカーボネート、ポリエ

ン以下の酸化スズと酸化アンチモンの固溶体を30〜80重量%含有する被膜を形成する。

透明なフィルム又は薄板の少なくとも片面に形成する被膜は、微細な粒子を保持する機能を果すもので、熱可塑性合成樹脂より選択される。被膜形成に適した熱可塑性合成樹脂としては、ポリ塩化ビニル、塩化ビニル-酢酸ビニル共重合体、ポリ塩化ビニリデン、ポリカーボネート、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリアセタール、ポリアミド類、アクリル系樹脂があげられる。

透明なフィルム又は薄板の少なくとも片面に形成する被膜には、粒子径が0.4ミクロン以下の酸化スズと酸化アンチモンの固溶体を30〜80重量%含ませる。この微細な固溶体は、太陽光線の持つ熱線エネルギー(波長が2.5〜25ミクロンの範囲の赤外線をいう。)を反射する機能を果す。

固溶体の粒子径は、水分散系で測定した粒子径を意味する。水分散系での測定は、次の手順

による。まず、粉末グラムを水400ccに加え、ボールミルで10時間混合する。ついで、遠心分離の条件（回転数と時間）を変えて遠心分離を行ない、各々の分離条件下で粒度分布を求め、その平均値を算出し、粒子径とする方法である。


固溶体は、上の方法で測定した粒子径が、0.4ミクロン以下のものを用いる。粒子径が0.4ミクロンより大きいと、本発明方法で得られる製品の透明性が優れたものとならないので、好ましくない。

被膜に配合させる固溶体の割合は、被膜成分の30～80重量多とする。固溶体の割合が30重量多より少ないと、本発明方法によつて得られる製品（フィルム又は薄板）の赤外線の影響効果が充分でないで好ましくなく、80重量多より多いと製品の外観が劣つたものとなり好ましくない。

固溶体は、酸化スズと酸化アンチモンより構成し、両者の割合を、重量比で95対5ないし50対50の範囲とする。酸化アンチモンの比

ラン、シクロヘキサノン、メチルセロソルフ等があげられるが、これらに限定されるものではない。有機溶媒は、透明なフィルム又はシートの材質、被膜形成用熱可塑性合成樹脂の種類に応じて適宜選ぶことができる。

上記有機溶媒に対する被膜形成用熱可塑性合成樹脂の溶解量は、適度の粘度を示し、溶媒を揮散させた後に適度の厚さの被膜が形成されるような割合とする。好ましくは合成樹脂成分の量を5～30重量多とするのがよい。

有機溶媒に、被膜形成用熱可塑性合成樹脂とともに固溶体を配合し、均一に分散させた後に、透明なフィルム又は薄板の少なくとも片面に塗布する。塗布する方法としては、浸漬法、グラビアコート法、オフセットコート法、リバースロールコート法、パーコート法、キスロールコート法、噴霧法等を採用することができる。塗布後は、熱風、又は赤外線ヒーター等によつて乾燥する。

上のよう形成する被膜は、厚さ1～10ミ

特開昭58-117228(3)

率が上記割合より少ないと、本発明方法によつて得られる製品の赤外線の影響効果が充分でないで好ましくなく、上記割合より大きいと、可視光線の透過率を低下させるので、好ましくない。

本発明で使用する固溶体は、塩化スズと塩化アンチモンとを、アルコール、アセトン及び塩酸水溶液の一種、又は二種以上を組み合わせた混合液に溶解し、この溶液を、60～100℃程度に加熱した水又はアルカリ水溶液中に加えて加水分解する方法によつて、容易に製造することができる。

透明なフィルム又は薄板に、被膜を形成するには、前記被膜形成用熱可塑性合成樹脂を、有機溶媒に溶解し、この溶液に、前記固溶体を分散し、分散液を透明なフィルム又は薄板に塗布した後、乾燥すればよい。

この際使用できる有機溶媒としては、トルエン、メチルエチルケトン、アセトン、ジメチルホルムアミド、塩化メチレン、テトラヒドロフ

クロンの範囲が好ましい。1ミクロンよりも薄いと、赤外線を効果的に遮蔽することができないので好ましくなく、逆に10ミクロンより厚いと、透明性が低下することになり好ましくない。

本発明方法で、透明性を犠牲にしないとは、波長5.5ミリミクロンにおける直進光線の透過率が80%以上であることを意味し、赤外線の影響が優れているとは、赤外線の透過率が70%以下であることを意味する。本発明方法において、透明なフィルム又は薄板の赤外線の透過を抑制するには、固溶体の組成、粒径、被膜に対する配合割合、被膜の厚さ等を選ぶべき。

本発明は、次のような効果を奏し、その工業的利用価値は極めて大である。

- (1) 本発明方法によるときは、一般向けに製造したフィルム、シート、板等の表面に被膜を形成することによつて、赤外線の透過を抑制した製品を、容易に製造することができる。

(2) 本発明方法によるときは、透明なフィルム又は薄板の透明性を犠牲にすることなしに、赤外線透過を効果的に抑制することができる。

以下、本発明を、実施例にもとづいて詳細に説明するが、本発明はその要旨を超えない限り、以下の例に限定されるものではない。

参考例

固溶体粉末の調製

塩化スズと塩化アンチモンとを、第1表に示した量秤量し、それぞれエタノール100ccに溶解した。この溶液を、85〜90℃に加熱した水1000cc中に、それぞれ1時間を要して滴下した。生成物(酸化スズと酸化アンチモン)の固溶体を分別し、水洗した後、500℃で1時間焼成を行なった。得られた粉末の粒子径を、第1表に示す。

粉末II〜粉末VIIについても、上と同様の手順で均一に分散させた溶液を得た。

上のように調製した7種類の溶液をそれぞれ、厚さ80ミクロンのポリエチレンテレフタレートフィルムの片面に、バーコート法によつて塗布し、40℃の熱風で乾燥し、厚さ1.5ミクロンの被膜を形成した。ただし、比較例1のフィルムには、被膜を形成しなかつた。

得られたそれぞれのフィルムについて、分光光度計を用いて波長555ミリミクロンでの透過率を測定し、第2表に示した。更に、赤外分光光度計によつて、波長2.5〜25ミクロンの透過率を測定した。その結果を、第2表に示した。なお、第2表において、「赤外線透過率」とは、比較例1のフィルムの赤外線(波長2.5〜25ミクロン)透過曲線が吸収チャート上で占める面積を算出してこれを100とし、他の例のフィルムの赤外線透過曲線が占める面積を算出して、比較例1のフィルムに対する指数として示した。

第1表

粉末の種類	塩化スズ (g)	塩化アンチモン (g)	酸化スズ/酸化アンチモン (重量%)	固溶体の粒子 径(ミクロン)
粉末 I	34.6	0	100/0	0.35
粉末 II	31.1	3.0	90/10	0.22
粉末 III	29.4	4.5	85/15	0.20
粉末 IV	26.0	7.4	75/25	0.18
粉末 V	17.3	14.8	50/50	0.30
粉末 VI	8.7	22.3	25/75	0.33
粉末 VII	0	29.7	0/100	0.35

実施例1〜4、比較例1〜4

先ず、トルエンとメチルエチルケトンとを、重量比で8対2の割合で混合した混合液を43g準備した。次いでこの混合液に、ポリエチレンテレフタレート7gを溶解した。更に、この溶液に、13gの粉末Iを加え、ボールミルで10時間混合を続け、粉末Iを溶液中に均一に分散させた。

第2表

項目 番号	被膜の有無	固溶体粉末の 種類	555nmでの 透過率(%)	赤外線透過率
比較例1	無	—	88	100
比較例2	有	粉末 I	84	92
実施例1	有	粉末 II	85	57
実施例2	有	粉末 III	84	50
実施例3	有	粉末 IV	85	50
実施例4	有	粉末 V	81	70
比較例3	有	粉末 VI	76	84
比較例4	有	粉末 VII	60	86

第2表より、次のことが明らかとなる。

- (1) 粉末が酸化スズ単独の場合(粉末I、比較例2のフィルム)は、赤外線透過抑制効果が微少である。
- (2) 粉末中の酸化アンチモン成分が50重量%を超える場合(粉末VI、比較例3のフィルム、粉末VII、比較例4のフィルム)には、可視光

特開昭58-117228 (5)

線(5.5ミリミクロンの波長を含む)の透過率が低下し、かつ、赤外線透過抑制効果も充分ではない。

(3) これに対して実施例1〜実施例4のフィルムは、可視光線の透過率が高くて透明性に優れているばかりでなく、赤外線透過率も70と少なく、優れている。

実施例5

トルエン45gに、ポリ塩化ビニル5gを溶解し、更に、前記参考例で調製した粉末IV6gと、チタネート系カップリング剤(味の素製「ブレンアクト」)を0.15g加えた。この溶液をボールミルで10時間混合し続け、粉末IVを溶液に均一に分散させた。

上の溶液を、厚さ80ミクロンのポリ塩化ビニルフィルムの片面に、バーコート法によつて塗布し、40℃の熱風で乾燥し、厚さ1.5ミクロンの被膜を形成した。

得られたフィルムについて、前の例と同様に、波長5.5ミリミクロンでの透過率と、

赤外線透過率^{*}を測定した。その結果を第3表に示す。

※ この例では、比較例5のフィルムに対する指数として示す。

実施例6

トルエン45gに、ポリメチルメタクリレート5gを溶解し、更に、粉末IV6gと、チタネート系カップリング剤(「ブレンアクト」)を0.15gとを加えた。この溶液をボールミルで10時間混合し続け、粉末IVを溶液に均一に分散させた。

上の液を、厚さ80ミクロンのポリ塩化ビニルフィルムの片面に、バーコート法によつて塗布し、40℃の熱風で乾燥した。被膜の厚さは1.5ミクロンであつた。

得られたフィルムについて、実施例5の場合と同様に、波長5.5ミリミクロンでの透過率と、赤外線透過率とを測定した。その結果を第3表に示す。

第 3 表

項目 番号	被膜の 有 無	被膜樹脂の種類	5.5μmでの 透過率(%)	赤 外 線 透 過 率
比較例5	無	—	90	100
実施例5	有	ポリ塩化ビニル	81	60
実施例6	有	ポリメチルメタクリレート	81	63
実施例7	有	ポリカーボネート	80	59

実施例7

塩化メチレン45gに、ポリカーボネート5gを溶解し、更に粉末IV6gと、チタネート系カップリング剤(「ブレンアクト」)を0.15gとを加えた。この溶液をボールミルで10時間混合し続け、粉末IVを溶液に均一に分散させた。

上の液を、厚さ80ミクロンのポリ塩化ビニルフィルムの片面に、バーコート法によつて塗布し、40℃の熱風で乾燥した。被膜の厚さは1.5ミクロンであつた。

得られたフィルムについて、実施例5の場合と同様に、波長5.5ミリミクロンでの透過率と、赤外線透過率とを測定した。結果を第3表に示す。

比較例5

被膜を形成しない厚さ80ミクロンのポリ塩化ビニルフィルムについて、波長5.5ミクロンでの透過率と、赤外線透過率とを測定した。結果を第3表に示す。

第3表より、本発明方法によるときは、フィルムの透明性を犠牲にすることなしに、フィルムの赤外線領域の光線の透過を容易に抑制しうる事が、明らかである。

出 願 人 三菱モンサント化成株式会社
(ほか1名)

代 理 人 弁 理 士 長谷川 一
(ほか1名)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.